





#### PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number:

10204155 A

(43) Date of publication of application: 04 . 08 . 98

(51) Int. CI

C08G 59/62

C08G 59/40

C08K 3/04

C08K 3/36

C08L 63/00

H01L 23/29

H01L 23/31

(21) Application number: 09007988 (71) Applicant:

SUMITOMO BAKELITE CO LTD

(22) Date of filing: 20 . 01 . 97

(72) Inventor:

ASADA YASUTSUGU

#### (54) EPOXY RESIN COMPOSITION

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a semiconductor sealing epoxy resin composition excellent in markability with YAG laser.

SOLUTION: This composition essentially consists of a crystalline epoxy compound, a phenolic resin curing agent, at least 50wt.% broken fused silica, fused silica

having a particle diameter distribution in which the content of particles with particles diameters of 5µm or below is 15wt.% or above, a cure accelerator and carbon black having a mean particle diameter of 15-100nm. The fused silica should be used in an amount of 74-86wt,% based on the entire epoxy resin composition, and the carbon black should be used in an amount of 0.2-0.6wt.%.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

control black politics 15th



(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出順公開番号

## 特開平10-204155

(43)公開日 平成10年(1998) 8月4日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup> C 0 8 G 59/62	識別記号		FI			
C 0 8 G 59/62 59/40				9/62		
CO8K 3/04				9/40		
3/36				3/0 <u>4</u> 3/36	•	
COSL 63/00		審査請求	CO8L 63 未請求 請求項	3/00	C L (全 4 頁)	最終頁に続く
(21)出願番号	特膜平9-7988		T .	000002141		ACHAILEC
(22)出順日	平成 9 年(1997) 1 月20日				ライト株式会社 区東品川2丁目	
				東京都品川	区東品川2丁目 卜株式会社内	5番8号 住友

## (54) 【発明の名称】 エポキシ樹脂組成物

## (57)【要約】

【課題】 YAGレーザーマーキング性に優れた半導体 封止用エポキシ樹脂組成物を提供すること。

【解決手段】 結晶性エポキシ化合物、フェノール樹脂硬化剤、破砕溶融シリカを50重量%以上含み、且つ粒径5μm以下の粒子が15重量%以上である溶融シリカ、硬化促進剤、及び平均粒径が15~100nmであるカーボンブラックを必須成分とするエポキシ樹脂組成物において、全エポキシ樹脂組成物中に溶融シリカを74~86重量%、カーボンブラックを0.2~0.6重量%含むことを特徴とする半導体封止用エポキシ樹脂組成物。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A)結晶性エポキシ化合物、(B)フ エノール樹脂硬化剤、 (C) 破砕溶融シリカを50重量 %以上含み、且つ粒径 5 μ m以下の粒子が 1 5 重量%以 上である溶融シリカ、(D)硬化促進剤、及び(E)平 均粒径が15~100mmであるカーポンプラックを必 須成分とするエポキシ樹脂組成物において、全エポキシ 樹脂組成物中に溶融シリカ (C)を74~86重量%、 カーボンブラック (E) を O. 2~0.6 重量%含むこ とを特徴とする半導体封止用エポキシ樹脂組成物。

### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、YAGレーザーマ ーキング性に優れた半導体封止用エポキシ樹脂組成物に 関するものである。

[0002]

【従来の技術】主にエポキシ樹脂組成物で封止された半 導体デパイスは、従来、熱硬化型もしくはUV硬化型の 特殊なインクで半導体デバイスの製造履歴等をマーキン グしていたが、マーキングやその硬化に時間がかかり、 更にインクの取り扱いも容易でないため、最近はレーザ ーマーキングを採用する電子部品メーカーが増加してい る。YAG、又は炭酸ガスのレーザー光の短時間照射に よるエポキシ樹脂組成物の成形品表面へのマーキング は、インクによるマーキングよりも作業性に優れ、しか も短時間で終了するために、電子部品メーカーにとって は利点の多い方法である。

【0003】しかし、従来のエポキシ樹脂組成物(以 下、樹脂組成物という)を用いて封止した半導体デバイ スの封止成形品の表面にレーザーマーキングした場合、 マーキングした部分とマーキングしていない部分とのコ ントラストが不鮮明であり、 しかも印字が黄色であるた めに、印字の読みとりが困難である。炭酸ガスレーザー マーキングに関しては、既に効果的な着色剤が開発さ れ、鮮明な印字が得られる樹脂組成物が上市されてい る。一方、YAGレーザーマーキングに関しては、例え ば特開平2-127449号公報によると、「カーボン 含有量が99.5重量%以上、水素含有量が0.3重量 %以下であるカーボンブラック」が同目的に効果的であ ると記載されており、又その他の種々の研究がなされて いるが、カーボンブラックが揮散した後のマーキングコ ントラストが未だ不充分で、鮮明な印字は得られておら ず、優れたレーザーマーキング性を有する樹脂組成物が 要求されている。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、優れたレー ザーマーキング性を有する半導体封止用エポキシ樹脂組 成物を提供するものである。

[0005]

【課題を解決するための手段】本発明は、(A)結晶性 50

エポキシ化合物、(B) フェノール樹脂硬化剤、(C) 破砕溶融シリカを50重量%以上含み、且つ粒径5μm 以下の粒子が15重量%以上である溶融シリカ、 (D) 硬化促進剤、及び(E)平均粒径が15~100nmで あるカーボンブラックを必須成分とする樹脂組成物にお いて、全樹脂組成物中に溶融シリカ(C)を74~86 重量%、カーボンブラック (E) を0.2~0.6重量 %含むことを特徴とする半導体封止用エポキシ樹脂組成 物であり、これを用いた成形品は優れたレーザーマーキ 10 ング性を示し、鮮明なマーキングを得ることができる。

[0.00.6]

20

【発明の実施の形態】以下、各成分について説明する。 本発明に用いる結晶性エポキシ化合物は、分子中に2個 以上のエポキシ基を有し、結晶性で常温で固形であれば 特に構造を限定するものではない。結晶性エポキシ化合 物としては、例えば、ピフェニル型エポキシ化合物、ビ スフェノール型エポキシ化合物、スチルベン型エポキシ 化合物等が挙げられる。半導体封止用樹脂組成物として の耐湿信頼性を考慮すると、イオン性不純物であるNa イオンやClイオンが極力少ない方が好ましく、硬化性 の点からエポキシ当量は150~300g/eqが好ま

【0007】本発明に用いるフェノール樹脂硬化剤は、 分子中にフェノール性水酸基を有するものならば、特に 限定するものではないが、例えば、フェノールノボラッ ク樹脂、キシリレン変性フェノール樹脂、トリフェノー ルメタン型樹脂及びこれらの変性樹脂等が挙げられ、硬 化性の点から水酸基当量は80~250g/egが好ま しい。

【0008】本発明に用いる溶融シリカは、破砕溶融シ リカを50重量%以上含み、残余の溶融シリカは球状又 は角取りシリカ等でも構わない。更に全溶融シリカ中 に、粒径5μm以下の粒子を15重量%以上含むもので ある。粒径 5 μm以下の粒子の割合はレーザー回折式粒 度分布測定機(シーラス社・製、モデル715)で測定 することができ、シリカの形状は拡大倍率100倍程度 の顕微鏡で観察することができる。この溶融シリカを用 いた樹脂組成物の成形品の表面に、レーザーマーキング をする際、溶融シリカ中に50重量%以上存在する破砕 40 シリカのアンカー効果により、従来品ではシリカ等の充 填材が脱落して生じた深い陥没が減少し、印字表面にで きる陰の部分が減少する。更に、破砕シリカと微粒子に よる光の乱反射が効果的に得られ、印字のコントラスト が向上するため、鮮明なレーザーマーキングを得ること ができる。溶融シリカ中の破砕溶融シリカが50重量% 未満だと、捺印時のシリカ等の充填材の脱落が多く、印 字面に生じる陰の部分が増加するとともに、破砕溶融シ リカの角による光の乱反射が得られないので、充分なレ -ザーマーキング性が得られないため好ましくない。

【0009】又、粒径5μm以下の粒子が全溶融シリカ

中の15重量%以上存在することにより、印字のエッジ 部のギザギザが滑らかになり、字体がきれいで認識しや すくなる効果を付与すると共に、エッジ部分のギザギザ に起因する印字のカケやボヤケを抑えられ、優れたマー キング性を実現することが可能となっている。 粒径 5 μ m以下の粒子が15重量%未満だと、効果的な光の乱反 射が得られず、エッジ部のギザギザ、カケ、ポヤケ等を 抑えることができなくなるため、充分なマーキング性を 得ることができない。この溶融シリカの添加量は、全樹 脂組成物中74~86重量%が好ましく、74重量%未 満だと、樹脂による印字の着色の影響が大きく、充分な レーザーマーキング性を得るためには、樹脂の熱変色防 止等の別の手段が必要となってくる。一方、86重量% を越えると、樹脂の流動性に支障をきたし、樹脂組成物 として充分な流動性を得られなくなる。本発明に用いる 溶融シリカの製法等については、特に限定するものでは ないが、成形時の金型の細部への充填性の点から、最大 粒径は150µm以下のものが好ましい。

【0010】本発明に用いる硬化促進剤は、エポキシ基 とフェノール性水酸基の反応を促進するものであればよ く、一般に封止樹脂組成物に使用されているものを利用 することができる。例えば1、8-ジアザビシクロ (5, 4, 0) ウンデセンー7、トリフェニルホスフィ ン、ペンジルジメチルアミン、2-メチルイミダゾール 等があり、これらは単独でも混合して用いてもよい。 【0011】本発明で用いる平均粒径15~100nm のカーボンブラックは、全樹脂組成物中に 0.2~0.

6 重量%含まれるものである。カーボンブラックの平均 粒径は、顕微鏡観察により測定することができる。平均 粒径が15nm未満になると、YAGレーザー光を受け た時の揮散力が弱くなり、充分なマーキングが得られな い。一方、平均粒径が100mmを越えると、着色剤と しての着色性の低下につながり、印字との白黒コントラ ストが悪化し、充分なマーキングが得られない。カーボ ンブラックの添加量が、0.2重量%未満だと成形品の 着色性が不足し、成形品自体の色が淡灰色になってしま うため、印字との充分な白黒コントラストが得られな い。一方、0.6重量%を越えると、カーボンブラック を焼き飛ばした後に印字表面に残るススが増加し、印字 が灰色になってしまうため、印字と周囲とのコントラス ト低下につながる。又、カーボンブラックの凝集形態等 は、特に限定するものではなく、不純物等のレベルが封 止樹脂組成物に適用できるものであればよい。

【0012】本発明の樹脂組成物は、(A)~(E)成 分の他、必要に応じてカップリング剤、難燃剤、離型 剤、低応力添加剤等の添加剤を適宜配合してもよい。 20 又、本発明の樹脂組成物は、(A)~(E)成分及びそ の他の添加剤等をミキサー等で均一に混合した後、加熱 ロール又はニーダー、押出機等で溶融混練し、冷却後粉 砕して製造することができる。

[0013]

【実施例】以下、本発明を実施例で具体的に説明する。 実施例1

結晶性エポキシ化合物(油化シェルエポキシ(株)・製、YX4000H、融 点105℃、エポキシ当量195) 10. 4 重量部

フェノールノボラック樹脂(軟化点65℃、水酸基当量104)

5.6重量部

溶融シリカ (5 μm以下の粒子: 23 重量%、破砕形状粒子: 70 重量%、最 82、0重量部 大粒径96 um)

1,8-ジアザビシクロ(5,4,0) ウンデセンー7(以下、DBUという

カーポンプラック (平均粒径22nm)

三酸化アンチモン

カルナパワックス

シリコーンオイル

0.2重量部

0.2重量部

1. 0 重量部

0.4重量部

0.2重量部

をミキサーで常温混合し、80~100℃の加熱ロール で溶融混練し、冷却後粉砕し、樹脂組成物を得、以下に 示す方法で評価した。結果を表1に示す。

#### 【0014】評価方法

スパイラルフロー:EMMI-I-66に準じた金型を 用い、前記樹脂組成物を低圧トランスファー成形機を用 いて175°C、射出圧力70kgf/cm2、保圧時間 120秒の条件で成形し、スパイラルフローを測定し た。スパイラルフローの判定基準として、70cm未満 を不合格、70cm以上を合格とした。レーザーマーキ 50 【0015】実施例2~8、比較例1~8

ング性:タブレット化した樹脂組成物を用い、80pQ FP (2. 7 mm厚) を低圧トランスファー成形機を用 ·いて、175°C、射出圧カ70kgf/cm<sup>2</sup>、保圧時 間120秒の条件で成形し、得られた成形品を更に17 5℃で8時間ポストキュアし、印字用サンブルとした。 得られたサンプルを日本電気(株)・製のマスクタイプ のYAGレーザー捺印機を用いて印加電圧 2. 4 k V、 パルス幅120µsの条件で捺印し、印字の視認性(レ ーザーマーキング性)をO、△、×で評価した。

特開平10-204155

5

実施例1と同様にして、樹脂組成物を製造し、実施例1 と同様にして評価した。結果を表1、表2に示す。

【表1】

	表 1	• .	
		実施 例	
結晶性エポキシ化合物	1 2 3	4 5	6 7 8
フェノールノボラック樹脂	10.4 8.4 13	10.7	10. 2   10. 4   10. 4
溶融シリカ	5.6 4.6 7 82.0 85.0 78	0 5.6 5.6	5.4 5.6 5.6
粒径 5 μm以下(重量%)	82.0 85.0 78. (23) (23) (23)		82.0 82.0 82.0
【 「 「 「 「	(70) $(70)$ $(70)$	100/	(23) (23) (23)
DBU (AE)	(102)	(70) $(70)$ $(70)$	(70) $(55)$ $(90)$
カーボンプラック 平均粒径 22nm	0. 2 0. 2 0.	2 0.2 0.2	0.61 0.2
<u> </u>		- V.U V.U	0.6 0.2
カルナパワックス		1.0	1 0.01
シリコーンオイル		0.4	
スパイラルフロー (cm)	110   80   125	0, 2	
<b>¥</b>   ₩	110 80 125 合格 合格 合格	100   125   合格   合格	110 120 85
レーザーマーキング性 総合判定	0 0 5	合格合格	合格 合格 合格
卧口刊及	合格 合格 合格	合格 合格	合格 合格 合格

[0016]

【表2】

		F 3	~ ~ ,					
	表	2						
				比彰	E 1991			
結晶性エポキシ化合物	1 1 1	2	3	4	5	6	7	8
フェノールノボラック樹脂	16.3	7.2	10, 4	10.5	10.0	10.3	10.3	10.
溶融シリカ	8.7	3.8	5.6	5. 6	5. 4	5.5	5.5	5.
粒径 5 µm以下(重量%)	73.0	88.0	82. 0	82. 0	82. 0	82.0	82.0	82.
(表表形) (最后0.7)	(70)	(23)	(8)	(23)	(23)	(23)	(23)	(23
DBC	(107)	(70)	(70)	(70)	(70)	(70)	(70)	(40
DBU カーボンブラック 平均粒径 10 nm	1			0.	<u> </u>			
平均粒径 22 nm	0.2	0.2	0, 2			0.4		
平均粒径120 n m	<u>  "                                 </u>	0.6	<u> </u>	0.1	0.8			0.
ニ既化アンチモン							0.4	
カルナパワックス				1.1				
シリコーンオイル				0.4				<u></u>
スパイラルフロー (cm)	145	55 I	110 [	115 1		110	116	
判定	合格オ		合格		110 合格	110	110	130
ノーザーマーキング性 公合判定	Δ	0	7	X	<del>巨加</del> X	合格 ×	合格	合格
<b>EDTIA</b>	否	否	香一	富一	舍十	畜	× 否	×
				_=	_8		11	否

### [0017]

【発明の効果】本発明に従うと、従来技術では得られなかった、印字が白く、且つコントラストの良好な YAG レーザーマーキング性に優れた樹脂組成物を得ることが

できる。従って、電気、電子部品の封止用に用いた場合、YAGレーザーによる良好な印字が高速且つ低電圧 で得られるので、工程短縮、経費削減に大きな効果があ る。

フロントページの続き

(51) Int.Cl.6

識別記号

FI

H O 1 L 23/29

HO1L 23/30

R

23/31